

**MOLYBDENUM PLATE AND ITS PRODUCTION**

Patent Number: JP63192850  
Publication date: 1988-08-10  
Inventor(s): ENDO MOTOMU; others: 01  
Applicant(s): TOKYO TUNGSTEN CO LTD  
Requested Patent: JP63192850  
Application Number: JP19870023563 19870205  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C22F1/18  
EC Classification:  
Equivalents: JP2038659B

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To improve workability and high-temp. deformation resistance by subjecting an MO ingot contg. a specific ratio of La or La oxide to a treatment at a specific working rate and temp. and recrystallizing the same to a certain direction.

**CONSTITUTION:**The Mo ingot contg. 0.1-2wt.% La or La oxide is prepared. Said ingot is worked at  $\geq 80\%$  total working rate for the thickness. The worked ingot is then heated at the temp. where it recrystallizes and is enlarged. The elongated and recrystallized crystal particles a certain direction are thus brought into existence in the ingot.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-192850

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 22 F 1/18識別記号 庁内整理番号  
D-6793-4K

⑭ 公開 昭和63年(1988)8月10日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 モリブデン板とその製造方法

⑯ 特 願 昭62-23563

⑰ 出 願 昭62(1987)2月5日

⑱ 発 明 者 遠 藤 求 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社  
社富山工場内

⑲ 発 明 者 武 部 克 嗣 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社  
社富山工場内

⑳ 出 願 人 東京タングステン株式 東京都千代田区鍛冶町2丁目6番1号  
会社

㉑ 代 理 人 弁理士 芦 田 垣 外2名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

モリブデン板とその製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1) 重量比で、0.1～2.0%のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとからなり、実質的に一定方向に伸長して再結晶化している結晶粒子を有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板。

2) 0.1～2.0重量%のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとから組成されたインゴットを準備する準備工程と、該インゴットの厚みに対して80%以上の総加工率で加工する加工工程と、該加工物が少なくとも再結晶化する温度で加熱する粗大化処理工程とを有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。

3) 特許請求の範囲第2項記載のモリブデン板の製

造方法において、前記加工工程は、熱間鍛造加工と圧延加工とから選択された少なくとも一種以上の加工工程であることを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、一般構造物、高温炉用、核燃料焼結ポット、核融合炉用材料、電子管材料等に使用されるモリブデン板とその製造方法に関する。

## 〔従来の技術〕

一般に、粉末冶金法で製造されるモリブデン板は、純モリブデンによって製造され、このモリブデン板の再結晶開始温度は約1000℃である。

よって、斯るモリブデンからなるモリブデン板は、1000℃以上の高温で使用されると、モリブデンは再結晶粒子の成長によって、板材の脆化が生じ、また、高温状態の荷重負荷に対し容易に変形してしまうという問題があった。

そこで、上述の欠点を補うモリブデン材料とし

て、従来は、アルミニウム、カリウム、ケイ素等を含有したドーブモリブデン材料が用いられていた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、従来のドーブモリブデン材料はその製造過程において、高い加工率を必要とし、しかも、加工性も悪いという製造上の欠点があった。

そこで、本発明の目的は、上記欠点に鑑み加工性及び歩留りに優れ、高温状態の荷重負荷に対しても、変形量の少ない耐高温変形性に優れたモリブデン板とその製造方法を提供することである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明によれば、重量比で、0.1～2.0%のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとからなり、実質的に一定方向に伸長して再結晶化している結晶粒子を有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板が得られる。

さらに、本発明によれば、0.1～2.0重量%の

を有する純モリブデンのみからなるインゴットに比べ、本発明に係るインゴットは、ランタンのドーブによる活性化作用により、ドーブ剤を含む微小ドーブ孔を有し、且つ、結晶粒子の平均粒径が、0.5～10 $\mu\text{m}$ の粗大粒となっている。

次に、この微小ドーブ孔を有し、且つ、粗大化した結晶粒子を有するインゴットを、その厚さ方向に80%以上の総加工率で熱間鍛造及び圧延加工のどちらか一方又はその組合せた加工を施す。

よって、第3図に示すとおり、板厚方向と垂直方向、即ち、圧延方向にドーブ剤が配列し、同時に、粗大化した結晶粒子は細長い繊維状の粒子となる。

比較例として、第4図に示すとおり、ドーブ剤を添加しない従来の純モリブデン板に加工度95%で圧延仕上げを施した場合には、結晶粒子は、不規則な繊維状構造を呈している。

次に、第1図に示すとおり、この繊維状粒子からなるモリブデン板に、さらに、再結晶温度以上で熱処理による粗大化処理を施し、結晶粒子を再

ランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとから組成されたインゴットを準備する準備工程と、該インゴットの厚みに対して80%以上の総加工率で加工する加工工程と、該加工物が少なくとも再結晶化する温度で加熱する粗大化処理工程とを有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法が得られる。

〔発明の概要〕

本発明によれば、まず、モリブデン板を製造する場合の出発原料となるインゴットは、例えば、0.1～2.0重量%のランタン又はランタン酸化物をドーブしたドーブモリブデン粉末に、水素還元を施し、プレス、焼結して得られるものである。

ここで、ランタンの添加量を2%以下としたのは、2%を越えると、ドーブ剤の粒が多く発生し、加工性及び耐高温変形性が劣化してしまうからである。また、0.1%以上としたのは、0.1%未満では、著しい加工性及び耐高温変形性が認められないからである。

このとき、従来の20～50 $\mu\text{m}$ 程度の微細な粒径

結晶させ、内部歪を解放する。

このとき、第2図に示すとおり、圧延方向に沿って配列したドーブ剤によって、板厚方向への粒成長は抑制されることから、板厚方向には粗大化せず、圧延方向に沿って伸長したinterlocking構造を呈する。

したがって、高温下においても、等軸の微細結晶とはならないから、変形量の非常に少ない、高品質のモリブデン板が得られる。

尚、比較例として、第5図に示すとおり、ドーブ剤を添加しない従来の純モリブデン板に加工度95%で圧延仕上げを施した後、1800 $^{\circ}\text{C}$ で10時間加熱して粗大化処理を施した結晶粒子は、等軸の粒状を呈してしまい、使用に耐え得るものではなく、加工性及び耐高温変形性の向上は認められない。

〔実施例〕

本発明の実施例について図面を参照して説明する。

まず、準備工程において、0.1～2.0重量%のラ

ランタンをドーブしたドーブモリブデン粉末に、水素還元を施し、プレス、焼結して形成されたインゴットを準備した。

次に、加工工程において、インゴットに加工率をそれぞれ変えて熱間鍛造及び圧延加工を施し、さらに、粗大化処理工程において、再結晶温度以上の温度で加熱し粗大化処理を施した。

このようにして得られたモリブデン板について、変形試験をおこなった。即ち、モリブデン板上に約1.5kgの荷重を載せて、水素雰囲気中の電気炉内で、1800℃、10時間加熱した後、冷却して、モリブデン板の反りの量をダイヤルゲージにて、測定した。

その変形試験の結果を表1及び表2に示す。ここで表中の熱間鍛造率とは、 $t_0 - t / t_0 \times 100(\%)$ で表され、 $t_0$ はインゴットの板厚、 $t$ は熱間鍛造加工後のモリブデン板の厚さである。総加工率とは、 $t_0 - T / t_0 \times 100(\%)$ で表され、 $T$ は熱間鍛造加工後に圧延加工をさらに施した後のモリブデン板の厚さである。

#### [発明の効果]

以上の説明のとおり、本発明によれば、0.1～2.0%のランタンのドーブにより予め粗大化させた結晶粒子を有するインゴットを、その厚さ方向に80%以上の加工率で熱間鍛造又は圧延加工を施して、ドーブ剤を板厚と垂直方向に配列させた後、再結晶温度以上に加熱して粗大化処理を施すことにより、実際の使用中の高温状態においても、板厚方向への粒成長が抑制され、圧延方向に伸長した再結晶粒子からなるモリブデン板が得られるから、加工性及び歩留りに優れ、高温状態の荷重負荷に対しても、変形量の少ない使用性の優れたモリブデン板とその製造方法を提供することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したinterlocking構造を呈するモリブデン粒子の縦断面図(×50

その結果、表1に示されるとおり、ランタンを0.1～2.0%含有させた本発明に係わるモリブデン板は、変形量が極めて少ないことが認められる。

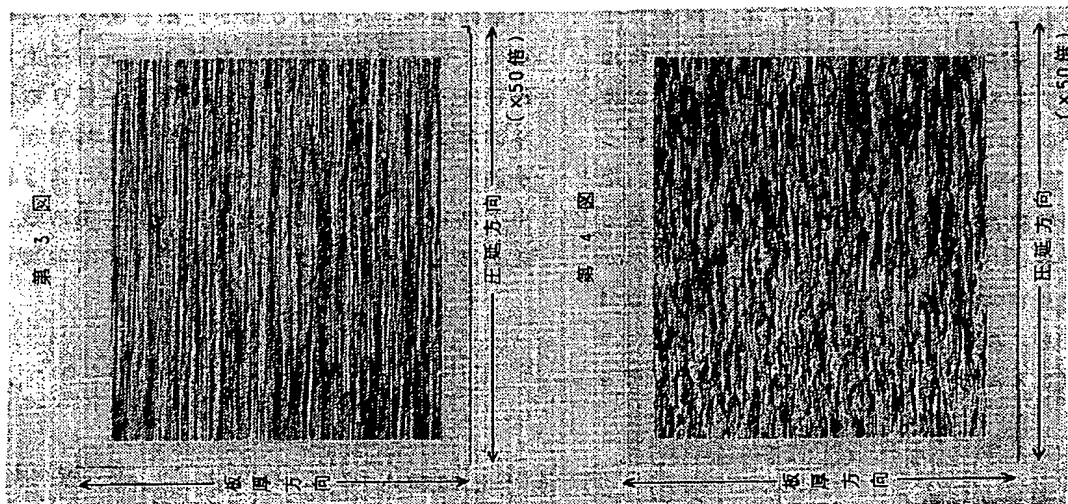
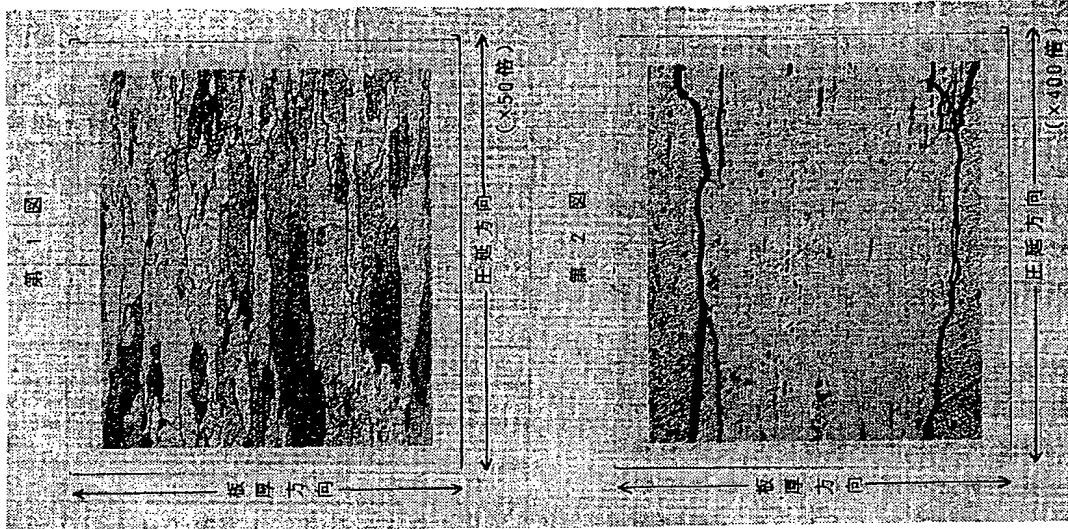
表-1

ランタン重量 %	熱間鍛造加工率 %	総加工率 %	変形量 mm	
			実施例	比較例
0.1	67	90	2	4
0.1	-	90	2	5
0.5	67	90	1	2
0.5	-	90	1	3
1.0	67	90	1	2
1.0	-	90	1	2
2.0	67	90	1.5	3
2.0	-	90	1.5	4
0.5	50	85	1	3
0.5	83	95	1	2
0.5	92	98	0.5	1

倍)、第2図は第1図と同様に、本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン板のドーブ剤の配列方向を示す縦断面図(×400倍)、第3図は本発明の実施例に係る総加工率95%で加工処理を施した繊維状モリブデン粒子の縦断面図(×50倍)、第4図は従来方法による総加工率95%で加工処理を施したモリブデン粒子の縦断面図、第5図は従来方法による総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン粒子の縦断面図である。

代理人 (7783) 弁理士 池田 憲保





昭和62年5月7日

特許庁長官 黒田明雄 殿

1. 事件の表示

昭和62年特許願第23563号

2. 発明の名称

モリブデン板とその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 東京タングステン株式会社

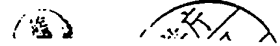
4. 代理人 〒105

住所 東京都港区西新橋1丁目4番10号  
第三森ビル 電 591-1507・1523

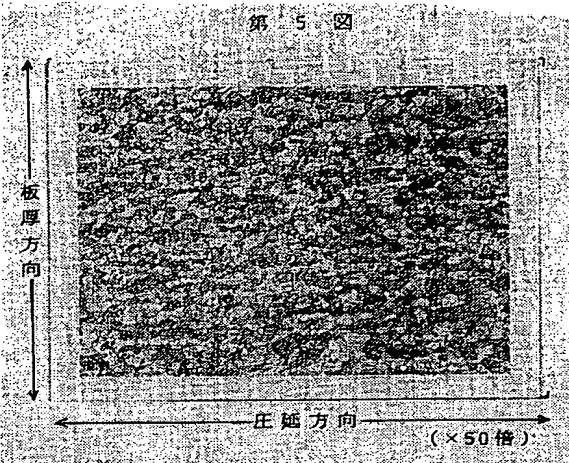
氏名 (5841) 弁理士 芦田 坦  
(ほか2名)

5. 補正命令の日付

昭和62年3月31日(発送日62.4.28)



は従来方法による総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン粒子の縦断を表わす写真である。』



6. 補正の対象

1) 明細書の図面の簡単な説明の欄

7. 補正の内容

1) 明細書の図面の簡単な説明の欄全文を下記の通り訂正する。

記

「4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施した interlocking 構造を呈するモリブデン粒子の縦断を表わす写真(×50倍)。第2図は第1図と同様に、本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン板のドーブ剤の配列方向を示す縦断を表わす写真(×400倍)。第3図は本発明の実施例に係る総加工率95%で加工処理を施した繊維状モリブデン粒子の縦断を表わす写真(×50倍)。第4図は従来方法による総加工率95%で加工処理を施したモリブデン粒子の縦断を表わす写真、第5図

代理人 (5841) 弁理士 芦田 坦

